

2

日本国特許庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

JC971 U.S. PTO
09/771556
01/30/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application:

2000年 2月 8日

出願番号
Application Number:

特願2000-030763

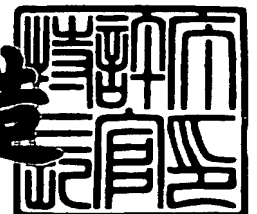
出願人
Applicant (s):

日本ピラー工業株式会社

2000年12月 8日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3103321

【書類名】 特許願

【整理番号】 P-121012

【提出日】 平成12年 2月 8日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 29/36

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県三田市下内神字打場 5 4 1 番地の 1 日本ピラー
工業株式会社三田工場内

【氏名】 谷野 吉弥

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県三田市下内神字打場 5 4 1 番地の 1 日本ピラー
工業株式会社三田工場内

【氏名】 谷下 保丞

【特許出願人】

【識別番号】 000229737

【氏名又は名称】 日本ピラー工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100072338

【弁理士】

【氏名又は名称】 鈴江 孝一

【電話番号】 06-6312-0187

【選任した代理人】

【識別番号】 100087653

【弁理士】

【氏名又は名称】 鈴江 正二

【電話番号】 06-6312-0187

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 003012

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9708647

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 単結晶 SiC 及びその育成方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ミラー指数

【外 1】

$(1\ 1\ \bar{2}\ 0)$

面 ±10° に沿って切出した α-SiC 単結晶基板の切出面と、β-SiC 多結晶板のミラー指数 (2 2 0) 面とを重ね合わせた状態で、不活性ガス雰囲気中で熱処理することにより α-SiC 単結晶基板に倣って β-SiC 多結晶板に上記切出面方位の結晶方位を持つ単結晶が一体に育成されていることを特徴とする単結晶 SiC。

【請求項 2】 上記 β-SiC 多結晶板として、熱化学蒸着法により板状に製作されたものを使用している請求項 1 に記載の単結晶 SiC。

【請求項 3】 ミラー指数

【外 2】

$(1\ 1\ \bar{2}\ 0)$

面 ±10° に沿って切出した α-SiC 単結晶基板の切出面上に、β-SiC 多結晶板のミラー指数 (2 2 0) 面を重ね合わせた状態で、これら α-SiC 単結晶基板及び β-SiC 多結晶板を不活性ガス雰囲気中で熱処理することにより、上記 α-SiC 単結晶基板に倣って β-SiC 多結晶板に上記切出面方位の結晶方位を持つ単結晶を一体に育成することを特徴とする単結晶 SiC の育成方法。

【請求項 4】 上記 β-SiC 多結晶板として、熱化学蒸着法により板状に

製作されたものを使用する請求項 3 に記載の単結晶 SiC の育成方法。

【請求項 5】 上記 α -SiC 単結晶基板の切出面の少なくとも片面及び上記 β -SiC 多結晶板のミラー指数 (220) 面の少なくとも片面は、それぞれ RMS 10 オングストローム以下の平滑な鏡面に加工されている請求項 3 または 4 に記載の単結晶 SiC の育成方法。

【請求項 6】 上記熱処理温度は、2100～2300℃の範囲に設定されている請求項 3 ないし 5 のいずれかに記載の単結晶 SiC の育成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、単結晶 SiC 及びその育成方法に関するもので、詳しくは、発光ダイオードや整流素子、スイッチング素子、増幅素子、光センサーなどの高温半導体電子素子の基板ウエハなどとして用いられる単結晶 SiC 及びその育成方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

SiC (炭化珪素) の単結晶体は、耐熱性および機械的強度に優れているだけでなく、不純物の添加によって電子や正孔の価電子制御が容易である上、広い禁制帯幅を持つ (因みに、6H 型の SiC 単結晶で約 3.0 eV、4H 型の SiC 単結晶で 3.26 eV) ために、Si (シリコン) や GaAs (ガリウムヒ素) などの既存の半導体材料では得ることができない優れた高温特性、高周波特性、耐圧特性、耐環境特性を実現することが可能で、次世代のパワーデバイス用半導体材料として注目され、かつ期待されている。

【0003】

ところで、この種の SiC 単結晶の育成 (製造) 方法として、従来では、種結晶を用いた昇華再結晶法によって SiC 単結晶を成長させる方法 (改良レーリー法) がよく知られている。この改良レーリー法には、図 3 に示すように、種結晶として (0001) 面を露出させた α -SiC 単結晶基板 10 を使用し、この α -SiC 単結晶基板 10 の (0001) 面上に SiC 単結晶 11 を気相成長によ

り育成させる最も一般的な方法と、図 4 に示すように、種結晶としてミラー指数
【外 3】

$(1\ 1\ \bar{2}\ 0)$

に沿って切断した面を露出させた α -SiC 単結晶基板 12 を使用し、この α -SiC 単結晶基板 12 の切断露出面上に気相成長により SiC 単結晶 13 を一体に育成させる方法とがある。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記した従来の育成方法は共に結晶成長速度が $1\ \mu\text{m/hr}$ と非常に低いだけでなく、昇華再結晶法によって得られた SiC 単結晶にあっては、多くの欠陥が存在し品質面で十分満足できるものでなかった。特に、図 3 に示す一般的な方法で育成されるものでは、 α -SiC 単結晶基板 10 で発生したマイクロパイプ M が $(0\ 0\ 0\ 1)$ 面上に気相成長される SiC 単結晶 11 にも引き継がれて c 軸方向に成長し、品質の低下は避けられない。そこで、このように α -SiC 単結晶基板 10 の $(0\ 0\ 0\ 1)$ 面上に育成された SiC 単結晶 11 をミラー指数

【外 4】

$(1\ 1\ \bar{2}\ 0)$

に沿って切断してウェハーなどとして使用することが考えられるが、誤差 0° に切断することは不可能であり、また、マイクロパイプ M も c 軸方向に完全に沿うものばかりでないために、切断したウェハーなどにもマイクロパイプが出現することは避けられない。

【0005】

一方、図4に示す育成方法では、気相によるバルク成長であって、切断露出面上だけでなく、SiC単結晶部13'の横方向成長も付随し、その結果、 α -SiC単結晶基板12で発生したマイクロパイプMが横方向へ成長するSiC単結晶部13'にも引き継がれることになり、育成されたSiC単結晶13が完全な結晶とならずマイクロパイプ欠陥の出現した品位の低い製品となることは不可避であり、このことが既述のようにSiやGaAsなどの既存の半導体材料に比べて多くの優れた特徴を有しながらも、その実用化を阻止する要因になっていた。

【0006】

本発明は上記実情に鑑みてなされたもので、単結晶基板の有するマイクロパイプの影響が引き継がれないようにして、歪み及びマイクロパイプ欠陥が出現しない高品位な単結晶SiC及びその育成方法を提供することを目的としている。

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、請求項1に記載の発明に係る単結晶SiCは、ミラー指数

【外5】

$(11\bar{2}0)$

面 $\pm 10^\circ$ に沿って切出した α -SiC単結晶基板の切出面と、 β -SiC多結晶板のミラー指数 (220) 面とを重ね合わせた状態で、不活性ガス雰囲気中で熱処理することにより α -SiC単結晶基板に倣って β -SiC多結晶板に上記切出面方位の結晶方位を持つ単結晶が一体に育成されていることを特徴とするものであり、また、請求項3に記載の発明に係る単結晶SiCの育成方法は、ミラー指数

【外 6】

 $(11\bar{2}0)$

面 $\pm 10^\circ$ に沿って切出した α -SiC単結晶基板の切出面上に、 β -SiC多結晶板のミラー指数 (220) 面を重ね合わせた状態で、これら α -SiC単結晶基板及び β -SiC多結晶板を不活性ガス雰囲気中で熱処理することにより、上記 α -SiC単結晶基板に倣って β -SiC多結晶板に上記切出面方位の結晶方位を持つ単結晶を一体に育成することを特徴とするものである。

【0008】

上記構成の請求項1及び請求項3に記載の発明によれば、 α -SiC単結晶基板の切出面と β -SiC多結晶板のミラー指数 (220) 面とを重ね合わせることで、境界面の両側におけるSi原子とC原子の原子配置が同じであって、境界面での結晶成長条件がほぼ均一化されるとともに、相互間に亘ってマイクロパイプの影響を受けることが無くなる。そのために、不活性ガス雰囲気中での熱処理に伴い、 β -SiC多結晶板が境界面の全域からほぼ一斉かつ急速に α -SiCに転化される固相成長が生じ、マイクロパイプ欠陥はもとより、結晶成長速度の不揃いによる歪や結晶粒界の残留のない非常に高品位な単結晶SiCを育成させることが可能となる。

【0009】

ここで、上記 β -SiC多結晶板としては、熱化学蒸着法（以下、熱CVD法という）により板状に製作されたものを使用することが好ましい。この場合は、 β -SiC多結晶板自体が高純度でボイドなどの欠陥のないものであるから、 α -SiC単結晶基板の切出面と β -SiC多結晶板の (220) 面との間に結晶粒界などが形成されず、一層高い品位の単結晶SiCを得ることができる。

【0010】

また、請求項3に記載の発明に係る単結晶SiCの育成方法において、上記 α -SiC単結晶基板の切出面の少なくとも片面及び上記 β -SiC多結晶板のミ

ラー指数（2 2 0）面の少なくとも片面を、それぞれRMS 1 0 オングストローム以下の平滑な鏡面に加工することによって、両面を密着させて境界面に残留歪や結晶粒界を発生することがなく、またマイクロパイプ欠陥が殆ど存在しない高品位な単結晶SiCを工業的規模で効率よくかつ安定に育成し供給することが可能である。

【0 0 1 1】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態を図面にもとづいて説明する。

図1は本発明に係る単結晶SiCの熱処理前の状態、すなわち、本発明に係る単結晶SiCの断面構造を示す模式図であり、同図において、1は六方晶系（6H型）の α -SiC単結晶基板で、その表面である切出面1a上には、熱CVD法により製作された厚さ1mmの β -SiC多結晶板2を重ね合わせている。

【0 0 1 2】

上記 α -SiC単結晶基板1は、昇華再結晶法などにより製作された α -SiC単結晶バルク1'を、図2に示すように、ミラー指数

【外7】

$(1\ 1\ \bar{2}\ 0)$

面 $\pm 1^\circ$ に沿ってダイヤモンドカッターによって厚さ（t1）0.5mmの板状に切出し、その切出した α -SiC単結晶基板1の表裏両面を約50 μ m研磨するとともに、片方の切出面1aがRMS 1 0 オングストローム以下の平滑な鏡面に加工されている。

【0 0 1 3】

一方、熱CVD法により製作された厚さ1mmの β -SiC多結晶板2のミラー指数（2 2 0）面2aを研磨するとともに、その研磨した（2 2 0）面2aをRMS 1 0 オングストローム以下の平滑な鏡面に加工している。

【0 0 1 4】

そして、上記 α -SiC単結晶基板1の平滑な鏡面からなる切出面1aと β -SiC多結晶板2の平滑な鏡面からなるミラー指数(220)面2a同士を重ね合わせ、これをカーボン発熱体を用いた高温電気炉内に配置するとともに、その炉内にArガスを吹き込んで不活性ガス雰囲気中とし、この雰囲気中で両者1, 2を1100℃から2200±100℃まで30分かけて平均速度で昇温し、かつ、その2200±100℃の温度を1時間保持させるといった熱処理を行なうことにより、上記 α -SiC単結晶基板1の切出面1aと β -SiC多結晶板2のミラー指数(220)面2aとの境界面3で固相成長を生じさせ β -SiC多結晶板2に境界面3の全域において α -SiC単結晶基板1に倣ってその切出面1a方位の結晶方位を持つ無色透明に近い単結晶部4が一体に育成される。

【0015】

因みに、本出願人は上記のようにして育成された単結晶SiCの試料について、X線回折装置を用いて結晶によるX線の回折を行なった。その結果、 β -SiC多結晶板2に育成された単結晶部4は、 α -SiC単結晶基板1に倣って

【外8】

(11 $\bar{2}$ 0)

方位の結晶方位を持つ α -(6H)-SiC単結晶であることが確認された。

【0016】

また、偏光顕微鏡により観察の結果、 β -SiC多結晶板2に育成された単結晶部4にはマイクロパイプMが全く生じてないことが確認され、さらにラングカメラによる観察からも結晶の均一性が認められ、高品位な単結晶SiCであることが確認できた。

【0017】

なお、上記 α -SiC単結晶基板1の切出面1aと β -SiC多結晶板2のミラー指数(220)面2aとの重ね合わせ部にSiO₂(シリカ)やSiあるいはそれらの混合物からなる薄い層を介在させてもよい。

【 0 0 1 8 】

【発明の効果】

以上のように、請求項 1 及び請求項 3 に記載の発明によれば、 α -SiC 単結晶基板のミラー指数

【外 9】

(1 1 $\bar{2}$ 0)

面 $\pm 10^\circ$ に沿った切出面と β -SiC 多結晶板のミラー指数 (2 2 0) 面といった Si 原子と C 原子の原子配置が同じ面同士を重ね合わせて境界面での結晶成長条件を均一化するとともに、 α -SiC 単結晶基板のマイクロパイプが引き継がれたり、歪みとして転嫁されることもなく、不活性ガス雰囲気中での熱処理に伴い、 β -SiC 多結晶板を境界面の全域からほぼ一斉かつ急速に α -SiC に転化させる固相成長を生じさせて、マイクロパイプ欠陥はもとより、結晶成長速度の不揃いによる歪や結晶粒界の出現のない非常に高品位な単結晶 SiC を育成することができ、これによって、既存の半導体材料に比べて高温、高周波、耐電圧、耐環境性などに優れパワーデバイス用半導体材料として期待されている単結晶 SiC の実用化を促進することができるという効果を奏する。

【 0 0 1 9 】

また、 β -SiC 多結晶板として、熱 CVD 法により板状に製作された高純度でボイドなどの欠陥のないものを使用することによって、 α -SiC 単結晶基板の切出面と β -SiC 多結晶板の (2 2 0) 面との間に結晶粒界などが形成されることがなく、一層高品位の単結晶 SiC を得ることができる。

【 0 0 2 0 】

また、単結晶 SiC の育成方法において、 α -SiC 単結晶基板の切出面の少なくとも片面及び β -SiC 多結晶板のミラー指数 (2 2 0) 面の少なくとも片面をそれぞれ RMS 10 オングストローム以下の平滑な鏡面に加工することによって、両面を密着させて境界面に残留歪や結晶粒界が発生することをなくし、高

品位な単結晶 SiC を工業的規模で効率よくかつ安定に育成し供給することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明に係る単結晶 SiC の断面構造を示す模式図である。

【図 2】

本発明に用いる α -SiC 単結晶基板のミラー指数面を説明する図である。

【図 3】

従来の昇華再結晶法のうち、 α -SiC 単結晶基板の (0001) 面上に SiC 単結晶を気相成長により育成させる最も一般的な方法を示す模式図である。

【図 4】

従来の昇華再結晶法のうち、ミラー指数

【外 10】

(11 $\bar{2}$ 0)

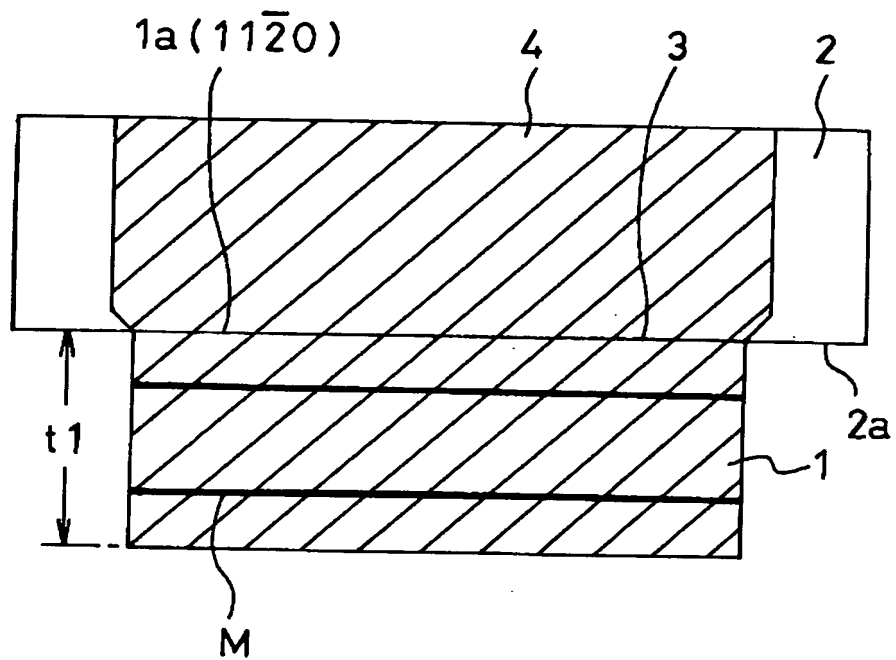
に沿って切断した面を露出させた α -SiC 単結晶基板の切断露出面上に気相成長により SiC 単結晶を一体に育成させる方法を示す模式図である。

【符号の説明】

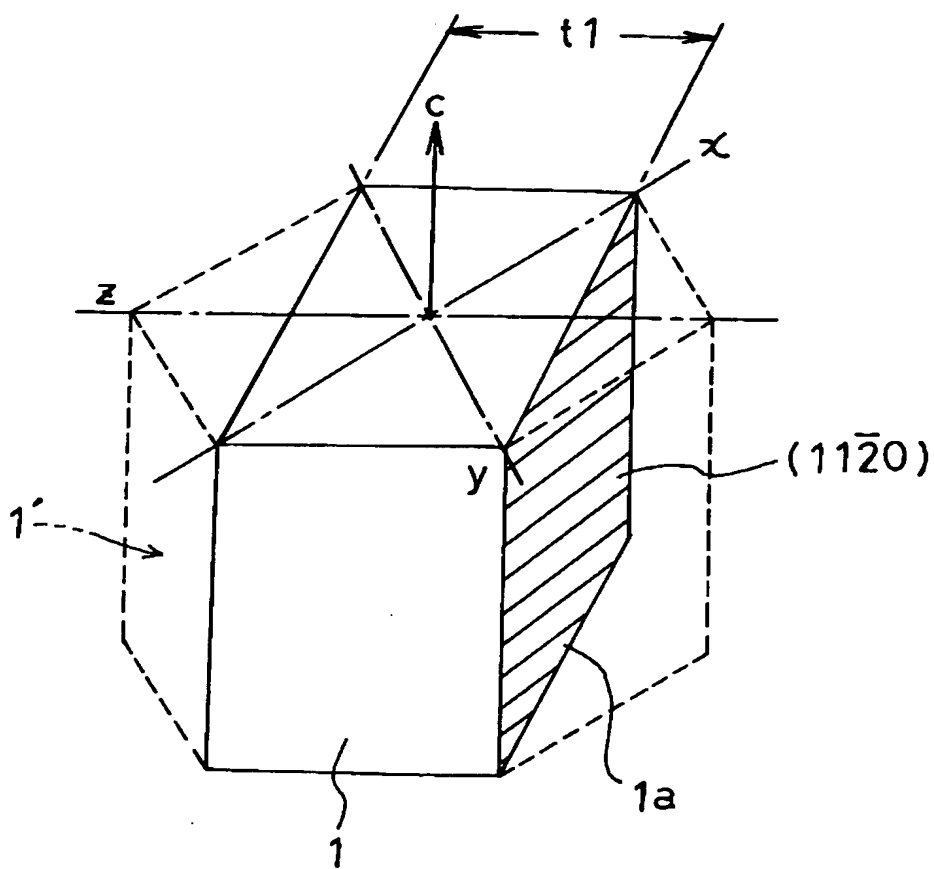
- 1 α -SiC 単結晶基板
- 1 a 切出面
- 2 β -SiC 多結晶板
- 2 a (220) 面
- 3 境界面
- 4 単結晶部

【書類名】 図面

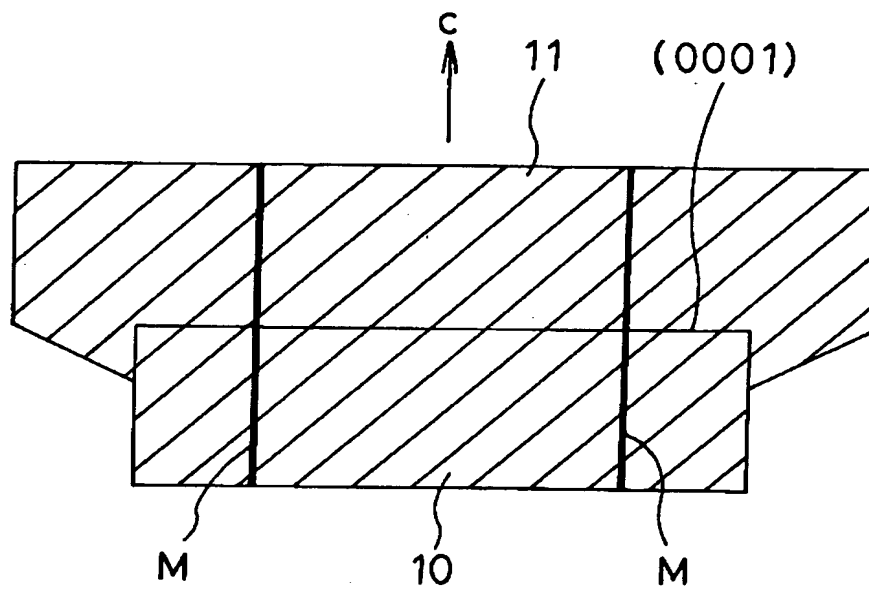
【図1】



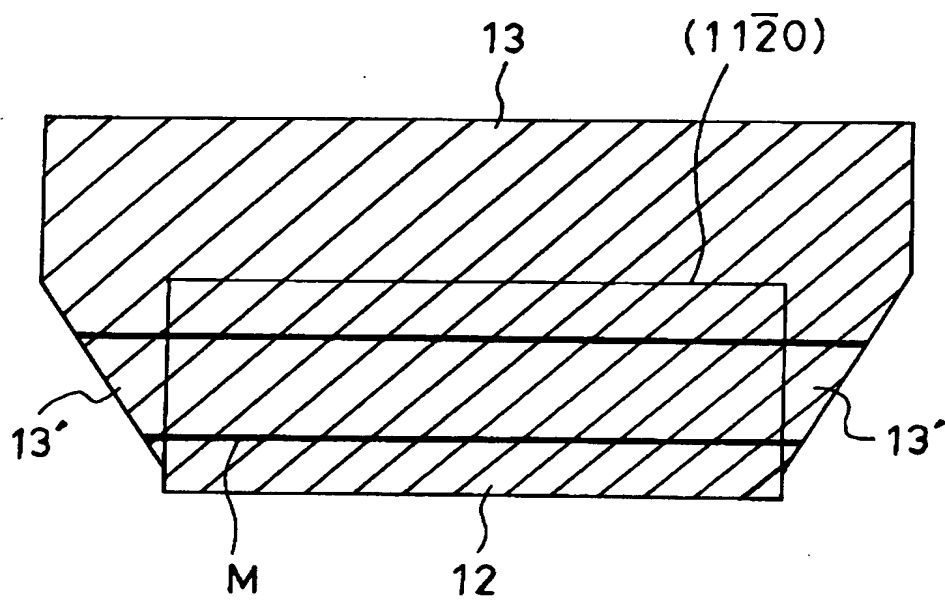
【図2】



【図 3】



【図4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 単結晶基板の有するマイクロパイプの影響が引き継がれないようにして、歪み及びマイクロパイプ欠陥が出現しない高品位な単結晶 SiC が得られるようにする。

【解決手段】 ミラー指数

【外 1 1】

$(11\bar{2}0)$

面 $\pm 10^\circ$ に沿って板状に切出した α -SiC 単結晶基板 1 の切出面 1 a と、 β -SiC 多結晶板 2 のミラー指数 (220) 面 2 a とを重ね合わせて、不活性ガス雰囲気中で熱処理することにより α -SiC 単結晶基板 1 に倣って β -SiC 多結晶板 2 に切出面 1 a 方位の結晶方位を持つ単結晶部 4 を一体に育成する。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000229737]

1. 変更年月日 1990年 8月23日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市淀川区野中南2丁目11番48号
氏 名 日本ピラー工業株式会社